

УЛЬТРАДИСПЕРСНЫЕ ПОРОШКИ ИТРИЙ-АЛЮМИНИЕВОГО ГРАНАТА И КЕРАМИКА НА ИХ ОСНОВЕ

Подденежный Е.Н.¹, Бойко А.А.¹, Добродей А.О.¹, Кудина Е.Ф.², Малашкевич Г.Е.³

¹УО «Гомельский государственный технический университет им.П.О.Сухого», 246746, Гомель, пр-т Октября 48, Беларусь

²ГНУ «Институт механики металлополимерных систем имени В.А.Белого НАН Б», 246652, Гомель, ул. Кирова, 32а

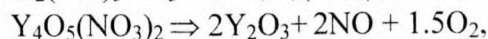
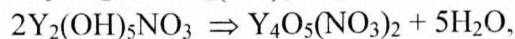
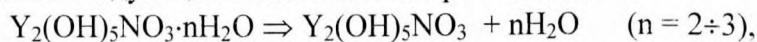
³ГНУ «Институт молекулярной и атомной физики НАНБ», 220072, Минск, пр-т Независимости, 68

Поликристаллические порошкообразные церийсодержащие люминофоры на основе гранатов привлекательны в качестве активных наполнителей в прозрачные полимерные матрицы и перспективны для применения в осветительных и индикаторных устройствах, преобразующих излучение голубых и УФ-светодиодов (СИД) в белый свет со спектром, близким к солнечному. Кроме того, для сверхярких источников белого света повышенной мощности и долговечности требуются преобразователи излучения с повышенной термостойкостью и высокой теплопроводностью на основе стекломатриц и керамических вставок [1].

В последнее время кроме прямого синтеза граната из крупнозернистых коммерческих оксидных порошков Y_2O_3 и Al_2O_3 начали применять методы формирования поликристаллических материалов в системе $Y_2O_3-Al_2O_3$ из наноразмерных оксидов, а также различные варианты уплотнения керамики [2, 3].

Нами апробированы новые схемы формирования ультрадисперсных порошкообразных и керамических ($Y_3Al_5O_{12}$) материалов, основанные на коллоидно-химических процессах с использованием наноструктурированных кремнеземсодержащих прекурсоров как спекающих и легирующих добавок.

С целью разработки способа синтеза наноразмерных составляющих оксидной керамической среды иттрий-алюминиевого граната были проведены исследования методики формирования ультрадисперсных частиц оксида иттрия из нитрата иттрия методом осаждения. Осаждение гидратированного нитрата иттрия из горячего раствора производили раствором аммиака при $pH = 10-11$ ед. В результате формируется студенистый осадок белого или слегка желтоватого цвета, который далее подвергается высушиванию и прокаливанию в фарфоровой чашке при температурах $50 - 600^\circ C$. Гидратированные осадки при нагревании теряют летучие составляющие. Поэтапное удаление связанной воды и гидроксильных групп может быть представлено следующими химическими реакциями:



причем первая стадия заканчивается при $150^\circ C$, вторая – $340^\circ C$ при и третья – при $500-550^\circ C$. Выход порошка оксида иттрия по массе составляет 78 %.

Для синтеза порошков и керамики из иттрий-алюминиевого граната YAG предложена схема синтеза с использованием микро- и наноразмерных порошков Y_2O_3 и нанопорошка Al_2O_3 , имеющего средний размер частиц 19 нм. Смешивание ингредиентов проводили в ультразвуковой ванне в стехиометрическом отношении в среде изопропанола, далее водили добавку спекающего и легирующего комплекса оксидов $SiO_2-B_2O_3-Ce_2O_3$ или $SiO_2-Ce_2O_3$, смесь сушили и прессовали в таблетки на прессе силой 6Т. Далее следовало спекание в воздушной среде при температуре $1600^\circ C$ в течение 2х часов (рис. 1).

Исследование особенностей структуры и фазового состава синтезированных керамических материалов было проведено методами рентгенофазового анализа (РФА), микрорентгеноспектрального анализа (МРСА), растровой электронной микроскопии (РЭМ). Установлено, что основной фазой поликристаллической керамики является фаза граната химического состава $Y_3Al_5O_{12}$.

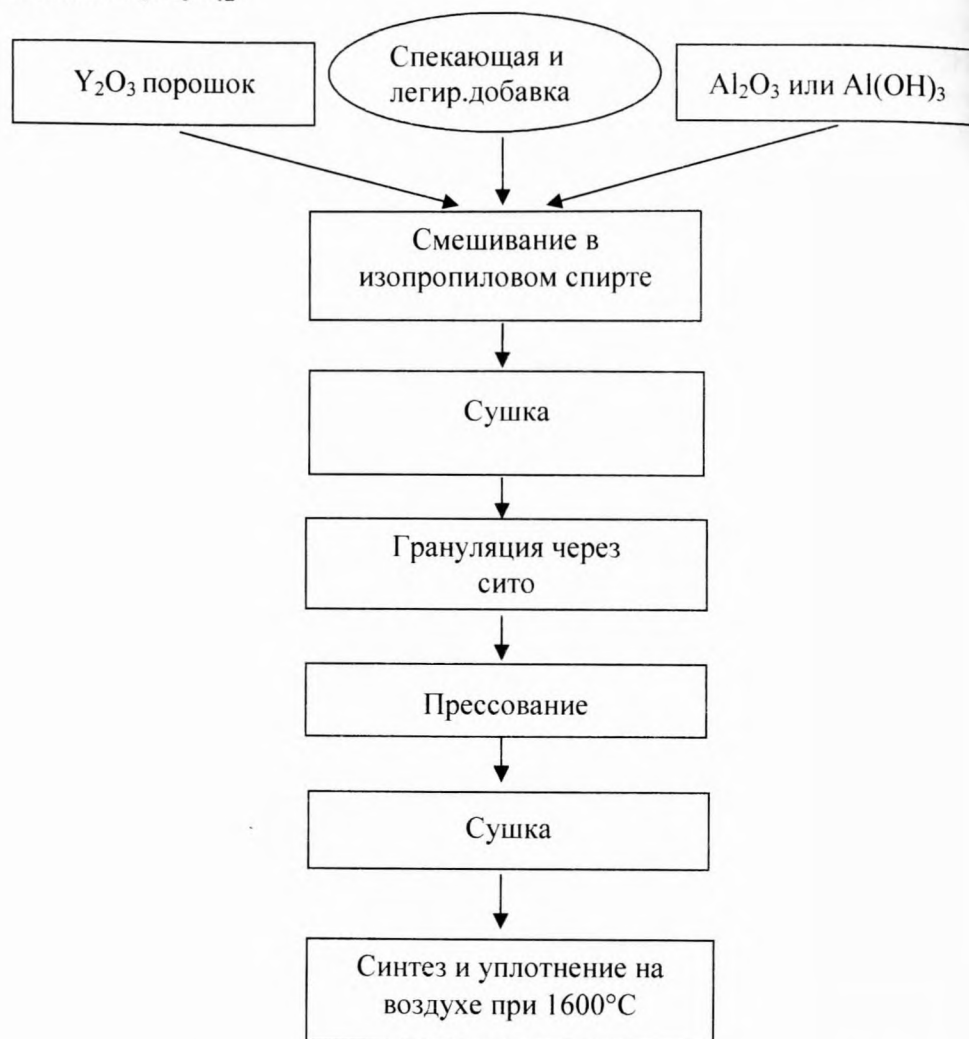


Рис. 1. Схема синтеза керамики $Ce^{3+}:YAG$ с использованием спекающих и легирующих добавок

Исследованием поликристаллических образцов керамики с помощью растровой электронной микроскопии (РЭМ) было выявлено, что материал, спеченный при температуре $1600^{\circ}C$ в условиях воздушной газовой среды, состоит из слабо-ограниченных кристаллитов со средним размерами 10-15 мкм. В объеме образца имеется некоторое количество замкнутых пор, сформированных, скорее всего, в результате неравномерного уплотнения при одноосном холодном прессовании. Размеры пор составляют порядка 50-100 мкм. Для удаления этих пор применяли метод вибрационного уплотнения порошка на стадии формования заготовки.

Спектры люминесценции образцов керамических материалов на основе иттрий-алюминиевого граната, легированного церием приведены на рис. 2.

Керамика на основе $Ce:YAG$, синтезированная с использованием стехиометрической смеси оксидов иттрия и алюминия и спекающей добавки состава $SiO_2-B_2O_3-Ce_2O_3$

люминесцирует в области 450-750 нм, а интенсивность излучения зависит от концентрации добавки при возбуждении на длине волны излучения голубого СИД ($\lambda_{\text{возб}}=455\text{нм}$), что подтверждает возможность применения синтезированного материала в качестве высокоэффективного люминофора-преобразователя в составе мощных полупроводниковых светоизлучающих диодов.

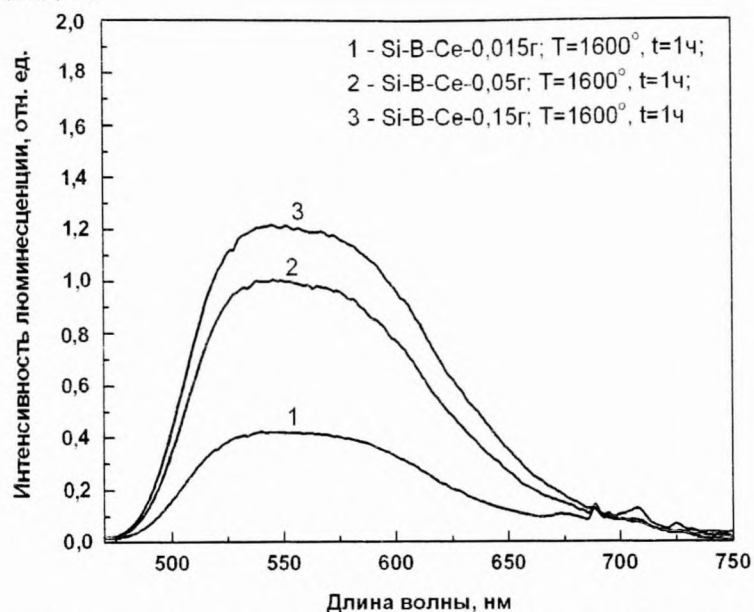


Рис. 2. Спектры люминесценции образцов YAG, легированных церием ($\lambda_{\text{возб}}=455\text{нм}$)

Заключение. Предложены и апробированы варианты синтеза ультрадисперсных порошков Y_2O_3 и спекания керамических сред на основе поликристаллического иттрий-алюминиевого граната в воздушной среде с использованием в качестве исходных компонентов наноструктурированных порошков оксидов иттрия и соединений алюминия и добавлением оксидных прекурсоров сложного состава, содержащих одновременно и спекающую добавку и легирующий компонент ($\text{SiO}_2\text{-B}_2\text{O}_3\text{-Ce}_2\text{O}_3$, $\text{SiO}_2\text{-Ce}_2\text{O}_3$).

С помощью рентгенофазового анализа (РФА), растровой электронной микроскопии (РЭМ) и микрорентгеноспектрального анализа (МРСА) керамики установлен фазовый и элементный состав образцов.

Показано, что определяющей фазой YAG-керамики является иттрий-алюминиевый гранат $\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$, содержание основной фазы составляет 98,7%. Спектрально-люминесцентные исследования продемонстрировали значительную зависимость характеристик образцов от химического состава и режимов формования керамических заготовок.

Список литературы

- [1] Kim J.K., Luo H., Schubert E.F., et al. *Jap.J.App.Phys.* **44**, 21, 649 (2005).
- [2] Satapathy L.N. *Mat. Lett.* **59**, 387, (2005).
- [3] Jud E., Huwiler Ch., Ganckler L.J. *Int. Conf. on the Science, Technology and Application of Sintering.* Sept. 15-17. – 2003, Penn. Univ. USA. – P. 1-6.